

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 06-056572

(43)Date of publication of application : 01.03.1994

(51)Int.Cl. C30B 15/00  
H01L 21/208

(21)Application number : 04-211413

(71)Applicant : FUJITSU LTD

(22)Date of filing : 07.08.1992

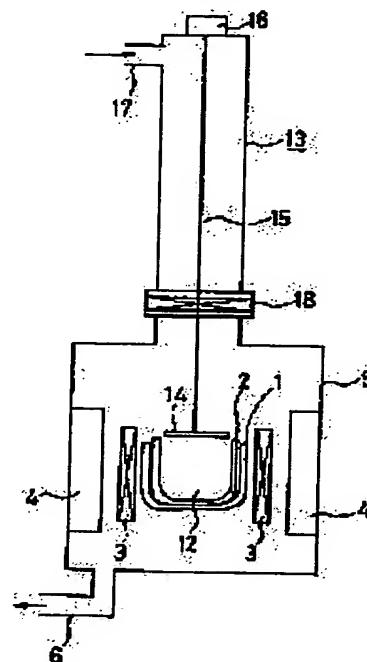
(72)Inventor : KIMURA TAKAAKI  
FUKUDA TETSUO

## (54) METHOD FOR GROWING CRYSTAL AND APPARATUS FOR GROWING CRYSTAL

### (57)Abstract:

**PURPOSE:** To lower the concn. of the carbon to be incorporated into a silicon crystal by shutting off the surface of a grown raw material from the atmosphere of the apparatus for growth during the period when a stationary state is attained by melting of the raw material for growth and before the growth of the crystal begins at the time of growing the semiconductor crystal by a Czochralski method.

**CONSTITUTION:** Raw material silicon 12 is put into a quartz crucible 2 and a means 13 for hanging a means for partitioning the peak part of the crucible is mounted to the peak part of a crucible housing container 5 via a gate valve 18 provided in the peak part of this crucible housing container 5. The means 14 for partitioning the peak part of the crucible hung from a wire rope 15 is hung down by opening the gate valve 18 and driving a hoisting device 16 to keep the peak part of the crucible 2 covered during the period when the stationary state is attained by melting of the silicon 15 and before the growth of the crystal begins. An inert gas or oxidative gas may be otherwise introduced into the crucible 2 during the above-mentioned period. As a result, the penetration of a large amt. of CO and CO<sub>2</sub> generated in the initial period of operation of the apparatus for growing the crystal into the molten silicon is suppressed.



### LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

**BEST AVAILABLE COPY**

[Date of requesting appeal against examiner's  
decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平6-56572

(43)公開日 平成 6年(1994) 3月 1日

(51)Int.Cl.<sup>5</sup>

C 3 0 B 15/00

H 0 1 L 21/208

識別記号

Z

P 9277-4M

庁内整理番号

F I

技術表示箇所

審査請求 未請求 請求項の数 5 (全 6 頁)

(21)出願番号 特願平4-211413

(22)出願日 平成 4年(1992) 8月 7日

(71)出願人 000005223

富士通株式会社

神奈川県川崎市中原区上小田中1015番地

(72)発明者 記村 隆章

神奈川県川崎市中原区上小田中1015番地

富士通株式会社内

(72)発明者 福田 哲生

神奈川県川崎市中原区上小田中1015番地

富士通株式会社内

(74)代理人 弁理士 寒川 誠一

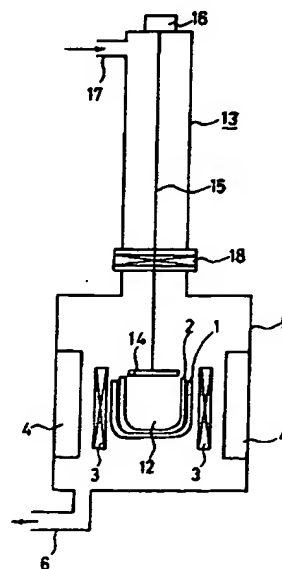
(54)【発明の名称】 結晶成長方法及び結晶成長装置

(57)【要約】

【目的】 チョクラスキー法を使用して半導体結晶を成長する方法及び装置に関し、シリコン結晶中に混入する炭素濃度を低減する結晶成長装置を提供することを目的とする。

【構成】 内部にるつぼ2と、るつぼ2を加熱するるつぼ加熱手段3とが収容され、頂部にゲートバルブ18が接続され、下部に排気口6が設けられているるつぼ収容容器5と、ゲートバルブ18を介してるつぼ2に対接する領域に着脱可能に取り付けられ、その中にるつぼ頂部隔壁手段14が上下移動可能に吊り下げられ、頂部にガス導入口17が設けられているるつぼ頂部隔壁手段吊り下げ手段13と、ゲートバルブ18を介してるつぼ2に対接する領域に着脱可能に取り付けられ、その中に種結晶8が上下移動可能に吊り下げられ、頂部にガス導入口11が設けられている種結晶昇降手段7とをもって構成される。

原料溶融過程における結晶成長装置



BEST AVAILABLE COPY

1

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 チョクラスキー法を使用して半導体結晶を成長する結晶成長方法において、成長原料が溶融して定常状態になり、結晶成長を開始するまでの期間、前記成長原料の表面を成長装置内の雰囲気から遮断することを特徴とする結晶成長方法。

【請求項2】 チョクラスキー法を使用して半導体結晶を成長する結晶成長方法において、成長原料が溶融して定常状態になり、結晶成長を開始するまでの期間、不活性ガスまたは酸化性ガスをるつぼ中に導入することを特徴とする結晶成長方法。

【請求項3】 内部にるつぼ(2)と、該るつぼ(2)を加熱するるつぼ加熱手段(3)とが収容され、頂部にゲートバルブ(18)が接続され、下部に排気口(6)が設けられてなるるつぼ収容容器(5)と、

前記ゲートバルブ(18)を介して前記るつぼ(2)に対接する領域に着脱可能に取り付けられ、その中にるつぼ頂部隔壁手段(14)が上下移動可能に吊り下げられ、頂部にガス導入口(17)が設けられてなるるつぼ頂部隔壁手段吊り下げ手段(13)と、

前記ゲートバルブ(18)を介して前記るつぼ(2)に対接する領域に着脱可能に取り付けられ、その中に種結晶(8)が上下移動可能に吊り下げられ、頂部にガス導入口(11)が設けられてなる種結晶昇降手段(7)とからなることを特徴とする結晶成長装置。

【請求項4】 前記るつぼ頂部隔壁手段(14)にガス導入手段(19)が付加されてなることを特徴とする請求項3記載の結晶成長装置。

【請求項5】 前記ガス導入手段(19)のガス導入口は前記るつぼ(2)の底部に達していることを特徴とする請求項3または4記載の結晶成長装置。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、チョクラスキー法を使用して半導体結晶を成長する方法及び装置に関する。

【0002】半導体産業の発達により半導体製品の集積化が進み、回路中の素子の占める面積が極めて小さくなっている。このため、半導体結晶中の析出物などの欠陥がLSIなどの半導体製品の歩留り、信頼性などに大きな影響を及ぼすことになる。例えば、シリコン結晶中の不純物である炭素は、LSI製造中の熱処理などにより、酸素の析出の原因となっている。酸素析出物の密度はこの炭素濃度に比例していることが判明している。この酸素析出物は結晶中のキャリアのライフタイムを低下させ、LSIの性能を低下させる原因となっている。このため、LSIの製造を目的としたシリコン結晶の製造においては、結晶中に含まれる炭素の濃度を可能な限り低く抑えることが求められている。現在、シリコンの結晶を得る方法としてはチョクラスキー法(以下、CZ法と云う。)が一般的であり、工業的にもっとも広く

2

使用されている方法である。本発明は、低炭素濃度のシリコン結晶を得るためのCZ法によるシリコンの引き上げ方法及び引き上げ装置に関するものである。

## 【0003】

【従来の技術】図7に従来のシリコン結晶引き上げ装置の構成図を示す。図において、1はカーボンるつぼであり、2は石英るつぼであり、3はヒーターであり、4は断熱材であり、5はるつぼ収容容器であり、6はガス排気口である。7は種結晶昇降手段であり、8は種結晶であり、9は種結晶8を昇降させるステンレス、タングステン等のワイヤーであり、10はワイヤー9の巻き上げ装置であり、11はガス導入口である。

【0004】ガス導入口11からアルゴンガスを導入して排気口6から排気しながらヒーター3によりカーボンるつぼ1と石英るつぼ2とを加熱して石英るつぼ2の中に入れられたシリコン12を溶融する。種結晶昇降手段7の巻き上げ装置10を駆動してワイヤー9に吊り下げられた種結晶8を降下させ、種結晶8を溶融しているシリコン12の表面に接触させた後、1mm/min程度で引き上げてシリコン結晶を成長させる。

## 【0005】

【発明が解決しようとする課題】るつぼ収容容器5内に収容されているヒーター3や断熱材4は炭素を主原料として形成されているため、ガス導入口11から装置内に供給されるアルゴンガス中の微量の酸素や、シリコンと石英とが反応して発生する一酸化シリコン( $\text{SiO}$ )と反応して一酸化炭素( $\text{CO}$ )や二酸化炭素( $\text{CO}_2$ )が発生する。これらの $\text{CO}$ 、 $\text{CO}_2$ が溶融シリコン中に溶け込むため、成長したシリコン結晶中に炭素不純物が混入する。

【0006】本発明の目的は、この欠点を解消することにより、シリコン結晶中に混入する炭素濃度を低減する結晶成長方法及び結晶成長装置を提供することにある。

## 【0007】

【課題を解決するための手段】上記の目的のうち、結晶成長方法は、チョクラスキー法を使用して半導体結晶を成長する結晶成長方法において、成長原料が溶融して定常状態になり、結晶成長を開始するまでの期間、前記の成長原料の表面を成長装置内の雰囲気から遮断するか、成長原料が溶融して定常状態になり、結晶成長を開始するまでの期間、不活性ガスまたは酸化性ガスをるつぼ中に導入する結晶成長方法によって達成される。

【0008】上記の目的のうち、結晶成長装置は、内部にるつぼ(2)と、このるつぼ(2)を加熱するるつぼ加熱手段(3)とが収容され、頂部にゲートバルブ(18)が接続され、下部に排気口(6)が設けられているるつぼ収容容器(5)と、前記のゲートバルブ(18)を介して前記のるつぼ(2)に対接する領域に着脱可能に取り付けられ、その中にるつぼ頂部隔壁手段(14)が上下移動可能に吊り下げられ、頂部にガス導入口(17)が

設けられているるつば頂部隔壁手段吊り下げ手段(13)と、前記のゲートバルブ(18)を介して前記のるつば(2)に対接する領域に着脱可能に取り付けられ、その中に種結晶(8)が上下移動可能に吊り下げられ、頂部にガス導入口(11)が設けられている種結晶昇降手段(7)とからなる結晶成長装置によって達成される。なお、前記のるつば頂部隔壁手段(14)にガス導入手段(19)が付加されると炭素濃度低減に有効に機能し、また、前記のガス導入手段(19)のガス導入口が前記のるつば(2)の底部に達しているとさらに有効に機能する。

【0009】

【作用】まず、CZ法によりシリコン結晶を成長するときに炭素がシリコン結晶中に取り込まれるメカニズムについて説明する。結晶成長装置は大型であり、るつば収容容器5の中には多孔質である断熱材4やヒーター3が多量に使用されているため、成長開始前のるつば収容容器5の中には多量の酸素が存在する。これらの酸素はるつば収容容器5の壁面、断熱材4、ヒーター3、原料シリコン12などに吸着されており、容易には除去できない。このため、結晶成長装置の稼動初期、特に高温を必要とする原料シリコンの溶融時に多量の酸素が放出され、断熱材4やヒーター3の素材である炭素と反応して多量のCOやCO<sub>2</sub>を発生する。このため、結晶成長装置の稼動初期に多量の炭素が溶融シリコン中に溶け込むことになる。

【0010】したがって、成長したシリコン結晶中の炭素濃度を低減するためには、結晶成長装置の稼動初期に発生する炭素が溶融シリコン中に溶け込むのを阻止すればよいことになる。

【0011】図1に示すように、るつば収容容器5の頂部にるつば頂部隔壁手段吊り下げ手段13を取り付けて、るつば2の中のシリコン12が溶融して定常状態になるまでの期間、ワイヤー15により吊り下げられたるつば頂部隔壁手段14を降下させてるつば2の頂部を遮蔽するようにすれば、結晶成長装置の稼動初期に発生する多量のCO、CO<sub>2</sub>が溶融シリコン中に溶け込むことが抑制される。

【0012】さらに、図3、図4に示すように、るつば頂部隔壁手段14にガス導入手段19を付加して原料シリコン12の上部に不活性ガスを導入すれば、CO、CO<sub>2</sub>、ガスの溶融シリコン中への溶け込みを抑制する効果が向上する。

【0013】また、図5に示すように、ガス導入手段19のガス導入口先端がるつば2の底部に達するようにして、るつば2の底部に酸素のような酸化性ガスを供給すれば、原料シリコンに付着・吸着している炭素は酸化性ガスと反応してCO、CO<sub>2</sub>となって装置外に除去されるので、炭素不純物濃度低減効果がさらに向上する。

【0014】

【実施例】以下、図面を参照して、本発明の四つの実施例に係る結晶成長装置と結晶成長方法とについて説明する。

#### 【0015】第1実施例

図1、図2参照

図1は、原料シリコンを溶融して定常状態にするまでの結晶成長装置の構成図を示し、図2は、種結晶を溶融シリコンに接触させて引き上げ成長するときの結晶成長装置の構成図を示す。なお、図7において示した部材と同一の部材は同一記号で示してあり、13はるつば頂部隔壁手段吊り下げ手段であり、14は石英からなるるつば頂部隔壁手段であり、15はるつば頂部隔壁手段14を吊り下げるステンレス、タングステン等のワイヤーであり、16はワイヤー巻き上げ装置であり、17はガス導入口であり、18はゲートバルブである。

【0016】まず、石英るつば2に原料シリコン12を入れ、図1に示すように、るつば収容容器5の頂部に設けられたゲートバルブ18を介してるつば頂部隔壁手段吊り下げ手段13をるつば収容容器5の頂部に取り付け、ゲートバルブ18を開いてワイヤー15に吊り下げられたるつば頂部隔壁手段14を巻き上げ装置16を駆動して吊り下げ、石英るつば2の頂部をカバーする。

【0017】ガス導入口17からアルゴンガスを導入してガス排気口6から排気しながら、ヒーター3を使用してカーボンるつば1と石英るつば2とを加熱し、原料シリコン12を溶融する。

【0018】石英るつば2中のシリコン12が溶融して定常状態になった後、巻き上げ装置16によりるつば頂部隔壁手段14を引き上げてゲートバルブ18を閉じ、るつば頂部隔壁手段吊り下げ手段13をゲートバルブ18から切り放す。

【0019】次いで、図2に示すように、種結晶昇降手段7をゲートバルブ18を介してるつば収容容器5の頂部に取り付け、内部をアルゴンガスに置換した後、ゲートバルブ18を開き、巻き上げ装置10を駆動してワイヤー9に吊り下げられた種結晶8を溶融したシリコン12の表面に接触させてゆっくり引き上げ、単結晶シリコンを成長する。

【0020】図6参照

引き上げ成長したシリコン結晶中の炭素濃度の分析結果を図6に示す。図6のグラフAは本発明の方法を使用した場合の炭素濃度を示し、グラフBに示す従来の方法を使用した場合の炭素濃度に比べて炭素濃度が低減している。なお、固化率の約10%近傍が引き上げたインゴットの頭の部分に相当し、約90%付近がインゴットの終端部分に相当する。

#### 【0021】第2実施例

図3参照

るつば頂部隔壁手段14にガス導入手段19を設け、るつば2内の原料シリコン12の上部にアルゴンガスを供給して

るつば収容容器5内で発生したCO、CO<sub>2</sub>が原料シリコン12の表面に接触するのを防止するものである。なお、ガス導入手段19はるつば頂部隔壁手段14と、もに上下に移動可能となるように、図示しないが蛇腹式または螺旋式配管を介してるつば頂部隔壁手段吊り下げ手段13に取り付けられている。

#### 【0022】第3実施例

図4参照

るつば頂部隔壁手段14を原料シリコン12の表面に接触させてガス導入手段19から不活性ガスを供給するものであり、るつば収容容器5内で発生したCO、CO<sub>2</sub>が原料シリコン12の表面に接触するのを防止する効果をさらに高めたものである。

#### 【0023】第4実施例

図5参照

ガス導入手段19のガス導入口先端がるつば2の底部に達するようにしたもので、原料シリコン12が溶融するまでの期間、酸素とアルゴンガスとの混合ガスをるつば2の底部に導入し、原料に付着・吸着している炭素と反応させてCO、CO<sub>2</sub>に変換して外部に排出するもので、炭素不純物濃度をさらに低減するのに有効である。

#### 【0024】

【発明の効果】以上説明したとおり、本発明に係る結晶成長方法及び結晶成長装置においては、原料シリコンが溶融して定常状態に達するまでの期間、るつば頂部をるつば頂部隔壁手段をもって遮蔽することによって、結晶成長装置内部で発生したCO、CO<sub>2</sub>が溶融シリコン中に溶け込むのが抑制され、炭素濃度の低いシリコン結晶が得られる。るつば頂部隔壁手段による遮蔽に加えて、さらに原料シリコン表面に不活性ガスを供給するか、または、るつば底部に酸化性ガスを供給するようにすれば結晶中の炭素濃度をさらに低減することができる。 \*

\*【図面の簡単な説明】

【図1】原料シリコンの溶融過程における結晶成長装置の構成図である。

【図2】原料シリコンの結晶引き上げ過程における結晶成長装置の構成図である。

【図3】ガス導入手段を有するるつば頂部隔壁手段の詳細図である。

【図4】ガス導入手段を有するるつば頂部隔壁手段の詳細図である。

【図5】ガス導入手段を有するるつば頂部隔壁手段の詳細図である。

【図6】シリコン結晶中の炭素濃度を示すグラフである。

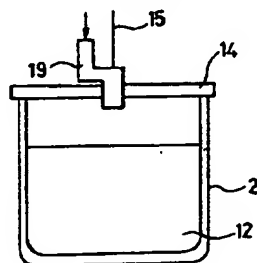
【図7】従来の結晶成長装置の構成図である。

【符号の説明】

- 1 カーボンるつば
- 2 石英るつば
- 3 るつば加熱手段
- 4 断熱材
- 5 るつば収容容器
- 6 排気口
- 7 種結晶昇降手段
- 8 種結晶
- 9・15 ワイヤ
- 10・16 巻き上げ装置
- 11・17 ガス導入口
- 12 原料シリコン
- 13 るつば頂部隔壁手段吊り下げ手段
- 14 るつば頂部隔壁手段
- 18 ゲートバルブ
- 19 ガス導入手段

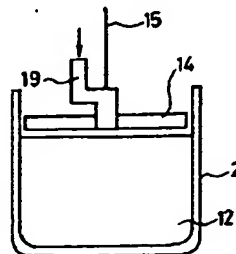
【図3】

ガス導入手段を有するるつば頂部隔壁手段



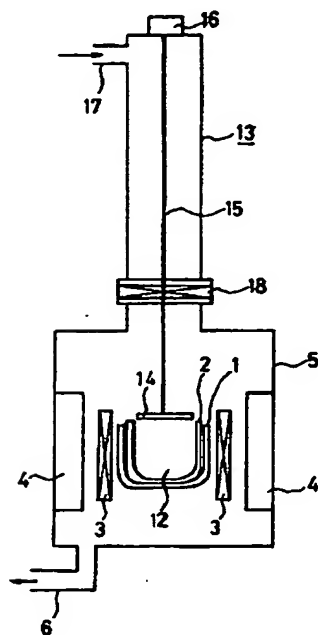
【図4】

ガス導入手段を有するるつば頂部隔壁手段



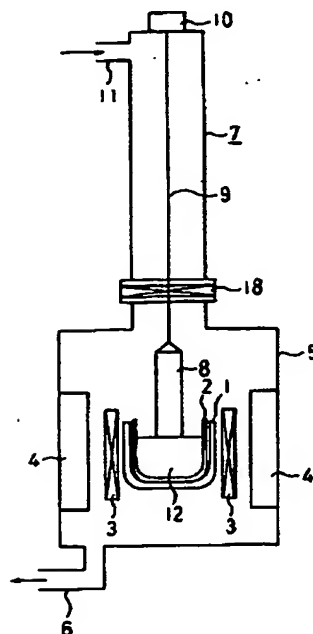
【図1】

原料溶融過程における結晶成長装置



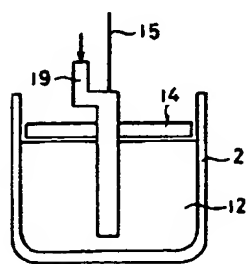
【図2】

結晶引き上げ過程における結晶成長装置



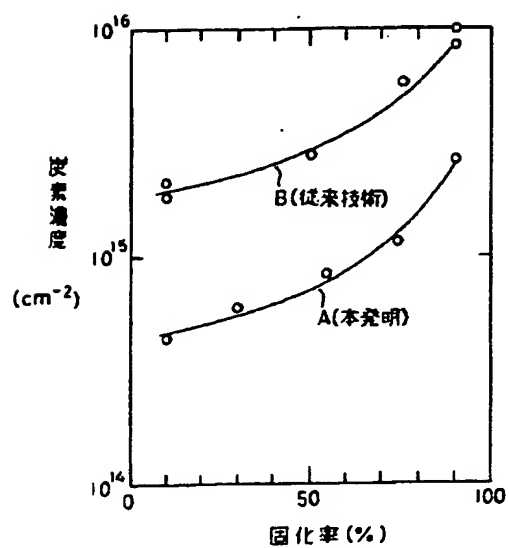
【図5】

ガス導入手段を有するつば頂部隔壁手段



【図6】

結晶シリコン中の炭素濃度



【図7】

従来の結晶成長装置

